

# Étude de l'effet d'agent filmogène sur le comportement rhéologique d'un gel naturel à base d'*Aloe Vera*

H. ABCHICHE<sup>a</sup>, A.HADJ SADOK<sup>b</sup>, I. OMARI, R. BOUCHEFRA,  
M. MELLAL<sup>a</sup>

a. Université des sciences et de la technologie Houari-Boumediene (USTHB), Faculté de Génie Mécanique et de Génie des Procédés, Laboratoire des Phénomènes de Transfert, Bab-Ezzouar, 16 111 Alger, Algeria  
abchichehacina@yahoo.fr

b. Université Saad Dahleb, Faculté des sciences de l'Ingénieur

## Résumé :

*La plupart des produits dermocosmétique conventionnels sont fabriqués à partir d'ingrédients synthétiques ou, parfois, d'origine animale. Outre les éventuels effets néfastes pour l'être humain, les différents procédés utilisés pour la fabrication des cosmétiques issus de la pétrochimie nuisent gravement à l'environnement. Pour cela, on remarque actuellement dans l'industrie cosmétique et pharmaceutique une tendance vers les produits naturels. Ainsi, le gel formulé lors de cette étude est à base de substances naturelles. Notre approche est basée sur une planification expérimentale, afin de réduire à la fois le nombre d'essais et le temps de réalisation, ce qui répond parfaitement au défi qu'impose le contexte économique actuel. L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet d'agent filmogène (l'hydroxypropyl méthyle cellulose HPMC) sur le comportement rhéologique du gel d'aloë vera. Nous avons réalisé le test d'écoulement sur les 15 essais proposés par le logiciel « plan d'expérience », les résultats expérimentaux ont été comparés avec les prédictions données par deux modèles ; celui de Cross et le modèle de Carreau, le coefficient de corrélation  $R^2$  et la viscosité à cisaillement nul " $\eta_0$ " nous ont permis de valider le modèle de Carreau qui décrit le mieux nos résultats. Une modélisation en surface de réponses a permis de déterminer l'effet de la concentration d'HPMC sur le comportement rhéologique du gel. À noter que l'augmentation de la concentration en agent filmogène engendre une augmentation de la viscosité du gel et une déstructuration rapide de la dispersion se traduisant par la diminution du  $D_{critique}$ .*

## Abstract :

*Most of the conventional dermocosmetics products are made of synthetic ingredients or, sometimes, ingredients of animal origins. Besides the possible harmful effects to human being, the different processes used in the manufacturing of cosmetics that are derived from the petrochemistry are detrimental to the environment. It is the reason why nowadays we have noticed in the cosmetic as well as the pharmaceutical industry a tendency towards the natural products. Thus, the gel formulated within this survey is made of natural substances. Our approach is based on an experimental planning in order to reduce the number of tests and the time of realization at once, which responds perfectly to*

*the challenge that is imposed by the actual economical context. The aim of this work is to study the effect of the filmogene agent (the hydroxypropyl methyl cellulose HPMC) on the rheological behavior of the Aloe Vera gel. We have carried out the test of flow on the fifteen (15) trials proposed by the software program named "plan d'expérience", the experimented results have been compared with the predictions given by two models; the one of Cross and the model of Carreau, the coefficient of correlation  $R^2$  and the viscosity at shearing zero " $\eta_0$ " have permitted us to homologate the model of Carreau which is the best to describe our results. A modeling on surface of responses has allowed to determine the effect of the concentration of HPMC on the rheological behavior of the gel. It should be noted that the increase of the filmogene agent concentration leads to an increase of the viscosity of the gel and a rapid destructuring of the dispersion interpreted by the diminution of the D critic.*

**Mots clefs : Comportement rhéologique, gel, Aloé vera, modèle de Carreau. HPMC**

## 1 Introduction

La plupart des produits dermocosmétique conventionnels sont fabriqués à partir d'ingrédients synthétiques ou, parfois, d'origine animale. Outre les éventuels effets néfastes pour l'être humain, les différents procédés utilisés pour la fabrication des cosmétiques issus de la pétrochimie nuisent gravement à l'environnement. Pour cela actuellement on remarque dans l'industrie cosmétique et pharmaceutique une tendance vers les produits naturels.

Ainsi, ce travail s'inscrit dans le cadre d'un projet ambitieux initié par le groupement pharmaceutique **Biopharm Algérie** dont l'objectif est en première partie : la formulation d'un gel à base de substances naturelles, contenant un extrait d'aloé vera, un agent gélifiant et un agent filmogène, de l'eau, un conservateur et un humectant. Nous avons suivi une méthodologie de planification expérimentale afin d'optimiser la formule. En deuxième partie, l'étude d'effet des différents agents additifs sur le comportement rhéologique du gel formulé ; notamment l'effet de l'agent filmogène.

## 2 Matériels et méthodes

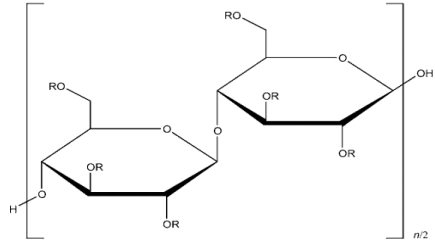
La formulation d'un produit pharmaceutique nécessite le choix judicieux des matières premières et leurs concentrations dans la formule, ainsi que le procédé de fabrication. La formule qualitative et quantitative du gel formulé lors de nos essais est présentée dans le tableau.1.

**Tableau.1. Formule qualitative et quantitative du gel.**

Matières premières	C (%)	Rôle
Extrait d'Aloe vera	5	PA
Gomme xanthene	0,1 - 0,5	Gélifiant
Glycérine végétale	5	Humectant
Propylène glycol	15	Conservateur
Hydropropylmethyl cellulose ( HPMC)	0,1 -2	Filmogène
Eau purifiée	72,5 -74	Solvant

L'agent filmogène utilisé pour la formulation du gel à base d'aloë vera est l'Hydropropylmethyl cellulose (HPMC). qui est un polymère inerte viscoélastique semi-synthétique, il est généralement considéré comme un matériau non toxique et non irritant [1]. Les différentes caractéristiques physico-chimiques d'HPMC sont regroupées dans le tableau 2.

**Tableau 2** Caractérisation physico-chimique de l'hydroxypropyl methyl cellulose [2].

Nom chimique	Éther de cellulose hydroxypropyl méthyl
Formule structurelle	
Domaine d'utilisation concentration (%)	2 — 20 %
Description	Poudre fibreuse ou granuleuse, légèrement blanc cassé à poudre beige.
Solubilité	Soluble dans l'eau froide, pratiquement insoluble dans l'eau chaude, le chloroforme et l'éthanol.

## 2.1 Méthodes utilisées pour la formulation du gel

La démarche adoptée dans ce travail est basée sur la méthode des plans d'expériences qui permettent d'organiser au mieux les essais de formulation, afin de rationaliser au maximum le nombre d'essais expérimentaux (gain du temps ainsi que la matière première) et d'en assurer une meilleure qualité des résultats [3]. Pour ce faire, le logiciel MODDE 6.0 a été utilisé. La matrice d'expériences qui répond à l'objectif du RSM (Une modélisation en surface de réponses) est un plan de mélange de type D-optimal. Cette matrice générée par un algorithme du logiciel MODDE 6.0, contenant 15 essais, dont 3 représentants le centre de gravité du plan, afin de vérifier la reproductibilité. Le D-optimal permet la réalisation d'un nombre minimal d'essais et l'obtention d'un maximum d'information avec un minimum de variabilité [4].

### 2.1.1 Matrice d'expériences

La matrice d'expériences proposée par le logiciel « MODDE 0.6 » est représentée dans le tableau 3. La préparation des différents excipients ainsi que le principe actif l'aloë vera est exclusivement réalisé à l'aide d'un agitateur magnétique chauffant multiposte avec plaque en alliage d'aluminium - silicone de marque **STUART SB 162-3**, la Vitesse d'agitation est variable de 100 à 1500 tr/min.

Tableau 3 : Matrice d'expérience.

N° d'essai	Ordre aléatoire	Gomme xanthene (%)	Aloe Vera (%)	Glycérine végétale (%)	Propylène glycol (%)	HPMC (%)	Eau (%)
1	13	0,00500	0,05	0,05	0,15	0,0050	0,740
2	8	0,00100	0,05	0,05	0,15	0,0200	0,729
3	2	0,00500	0,05	0,05	0,15	0,0200	0,725
4	12	0,00100	0,05	0,05	0,15	0,0090	0,740
5	1	0,00100	0,05	0,05	0,15	0,0126	0,736
6	6	0,00500	0,05	0,05	0,15	0,0100	0,735
7	9	0,00500	0,05	0,05	0,15	0,0150	0,730
8	3	0,00233	0,05	0,05	0,15	0,0200	0,727
9	11	0,00366	0,05	0,05	0,15	0,0200	0,726
10	10	0,00366	0,05	0,05	0,15	0,0063	0,740
11	4	0,00233	0,05	0,05	0,15	0,0076	0,740
12	14	0,00300	0,05	0,05	0,15	0,0135	0,733
13	15	0,00300	0,05	0,05	0,15	0,0135	0,733
14	5	0,00300	0,05	0,05	0,15	0,0135	0,733
15	7	0,00300	0,05	0,05	0,15	0,0135	0,733

## 2.2 Caractérisation rhéologique

L'étude du comportement rhéologique des gels formulés est réalisée à l'aide d'un rhéomètre rotatif de type « plan-plan » de marque *Anton Paar Physica Rheolab MCR 302* de 10 mm de diamètre. Le rhéomètre est relié à un thermostat, il est piloté par un microordinateur qui permet la commande, la saisie et l'analyse des résultats d'étude. Afin de réaliser les essais qui donneront les courbes d'écoulement on a opté pour un protocole de travail comme suit : une rampe montante de la contrainte jusqu'au voisinage d'un gradient de vitesse de l'ordre de  $1000 \text{ s}^{-1}$  pendant une durée de 10 minutes.

## 3 Résultats

### 3.1 Caractérisation rhéologique

La figure 1 représente la courbe d'écoulement (viscosité apparente  $\eta_{app}$  en fonction de la vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$ ) du gel issu de l'essai N° 2 de la matrice d'expérience.

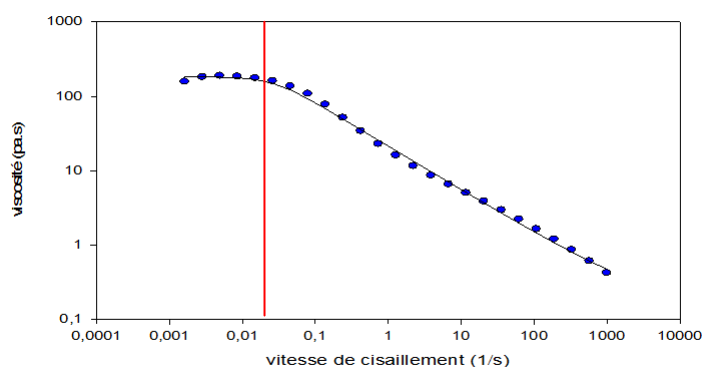


Figure.1 : Courbes d'écoulement du gel (essai N° 2), à T=21 ° C.

À la lumière de la figure précédente, il apparaît clairement la présence de deux zones distinctes : une région au comportement newtonien dans la gamme de vitesse de cisaillement très faible ( $\dot{\gamma} < 0,01 \text{ s}^{-1}$ ) ; une deuxième région rhéofluidifiante s'étalant jusqu'à la valeur de vitesse de cisaillement de  $1000 \text{ s}^{-1}$ .

### 3.2 Choix du modèle rhéologique

Afin de choisir le modèle rhéologique représentant au mieux notre fluide (gel) dans la gamme des taux de cisaillements étudiés, nous effectuons une étude comparative entre deux lois rhéologiques telles que : Carreau et Casson. Pour choisir le modèle mathématique adéquat, nous nous sommes basés sur le coefficient de corrélation  $R^2$  et la viscosité à faibles cisaillements. La figure 2 regroupe les résultats obtenus pour un échantillon du gel formulé. On remarque que l'allure des deux modèles en question nous donne un bon ajustement des points expérimentaux pour des fortes vitesses de cisaillement. En revanche pour des faibles vitesses de cisaillement l'écart entre la courbe du modèle de Cross et les points expérimentaux est visible.

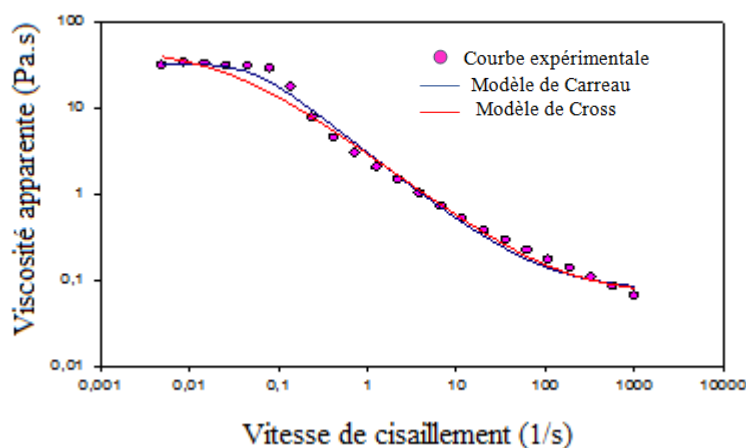


Figure.2 : Comparaison entre les points expérimentaux et ceux donnés par les Modèles de Cross et de Carreau.

Les valeurs de la viscosité à faible vitesse de cisaillements du gel ( $\eta_0$ ) et le coefficient de corrélation  $R^2$  sont représentées dans le Tableau.4.

Tableau 4. Paramètre rhéologique et coefficient de corrélation des modèles étudiés.

modèle	$\eta_0$	$R^2$
Cross	49,273	0,890
Carreau	32,681	0,972

À partir du tableau 4, on constate que le modèle de carreau décrit de manière assez satisfaisante la courbe d'écoulement. En effet, la viscosité à faibles cisaillements  $\eta_0$  du modèle de carreau est plus proche à celle obtenue expérimentalement, ainsi que le coefficient de corrélation  $R^2$  qui tend vers 1. Le modèle de Carreau [5] est donné par l'équation suivante :

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0}{(1+(k*\dot{\gamma})^2)^p} \quad (1)$$

Avec :

$k$  : Temps caractéristique nécessaire pour obtenir un début de déstructuration des macromolécules. Nous préférons substituer ce paramètre par son inverse,  $1/k$  qui a la dimension d'une vitesse de cisaillement, défini comme étant la vitesse de cisaillement critique,  $D_{\text{critique}}$  ( $s^{-1}$ )

$\eta_0$  : La viscosité à faible taux de cisaillement.

$\eta_{\infty}$  : La viscosité à taux de cisaillement élevé.

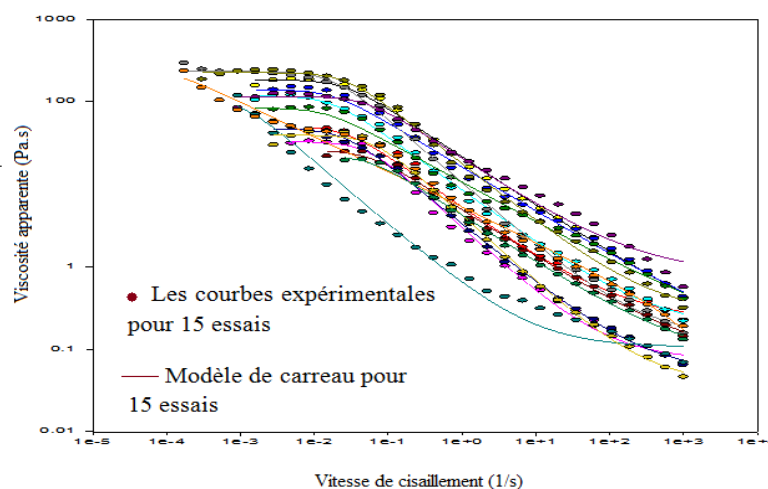
$p$  : Exposant de Carreau

D'après la figure.2, nous remarquons l'absence de la deuxième région newtonienne au fort cisaillement, donc nous décidons de prendre  $\eta_{\infty} = 0$ . L'équation de Carreau devient :

$$\eta = \frac{\eta_0}{(1+(k*\dot{\gamma})^2)^p} \quad (2)$$

### 3.3 Réponse rhéologique

Les courbes d'écoulement des 15 échantillons du gel sont regroupées sur la figure3, il est évident, au vu de cette figure, que le modèle rhéologique de Carreau génère de bonnes valeurs de corrélation entre les courbes théoriques et expérimentales. Cette corrélation s'exprime par le coefficient de corrélation  $R^2$  acceptable pour tous les essais (proche de 1).



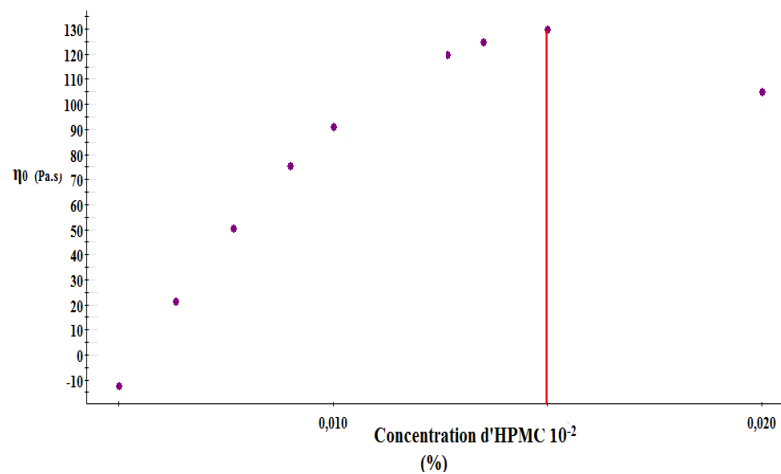
**Figure.3 : Comparaison entre les points expérimentaux et ceux donnés par le modèle de Carreau pour les 15 échantillons de gel.**

### 3.4 Effet d'agent filmogène (HPMC) sur le comportement rhéologique du gel

Nous étudions dans ce qui suit les effets de l'HPMC sur les réponses rhéologiques, notamment les paramètres du modèle de Carreau.

### 3.4.1 Effet de la concentration d'HPMC sur $\eta_0$

L'effet de l'HPMC sur la viscosité à cisaillement nul  $\eta_0$  est représenté sur la **figure 4**

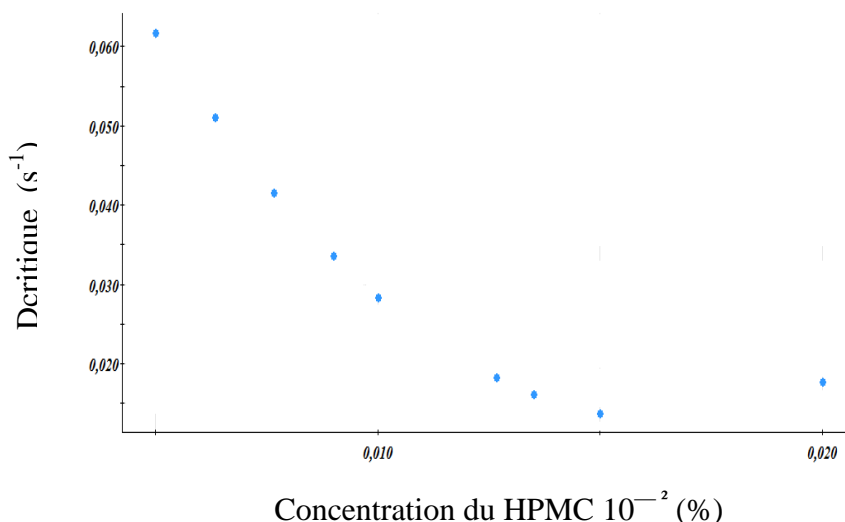


**Figure 4 :** Courbe d'effet de la concentration de l'HPMC sur  $\eta_0$

On constate que l'HPMC a un d'effet positif sur la viscosité à contrainte nulle. Ceci montre que cet ingrédient peut être considéré comme agent gélifiant ou viscosifiant. Mais nous remarquons aussi qu'après une concentration de l'HPMC de 0,015 %, l'effet devient négatif ; la seule explication qu'on a pu donner à ce phénomène est qu'à partir de cette concentration d'HPMC la quantité d'eau dans la formule est beaucoup plus élevée ; ce qui a influencé la viscosité du gel.

### 3.4.2. Effet de l'HPMC sur le $D_{critique}$

L'effet de la concentration de l'HPMC sur le  $D_{critique}$  est donné sur la **figure 5**



**Figure 5 :** Courbe d'effet de la concentration du HPMC sur  $D_{critique}$

L'HPMC paraît influencé négativement sur la vitesse de cisaillement critique. Ceci montre que l'augmentation de la concentration d'HPMC conduit au renforcement de la structure du gel.

## 4 Conclusion

L'objectif de ce travail était d'étudier l'effet d'agent filmogène (l'hydroxypropyl méthyle cellulose HPMC) sur le comportement rhéologique du gel d'aloë vera. Nous avons réalisé le test d'écoulement sur les 15 essais proposés par le logiciel « plan d'expérience », les résultats expérimentaux ont été comparés avec les prédictions données par deux modèles ; celui de Cross et le modèle de Carreau, le coefficient de corrélation  $R^2$  et la viscosité à cisaillement nul " $\eta_0$ " nous ont permis de valider le modèle de Carreau qui décrit le mieux nos résultats. Une modélisation en surface de réponses a permis de déterminer l'effet de la concentration d'HPMC sur le comportement rhéologique du gel. À noter que l'augmentation de la concentration en agent filmogène engendre une augmentation de la viscosité du gel et une déstructuration rapide de la dispersion se traduisant par la diminution du  $D_{critique}$ .

## Références

- [1] M.A. Liebert, Final report on the safety assessment of hydroxyethylcel-lulose, hydroxypropylcellulose, methylcellulose, hydroxypropyl methylcellulose and cellulose gum 5 (1986) pp. 7-32.
- [2] Handbook of Pharmaceutical excipients sixth edition , by Raymond C Rowe BPHarm , Paul Jsheskey Marian E Quinn, USA, 2009.
- [3] S. KARAM, Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation, Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2004
- [4] J.GOUPY, les plans d'expériences, Tutoriel, Revue MODULAD, 2006, pp 75.
- [5] K. BEN AZOUZ AHMED, Relations entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des solutions de polymères, thèse de doctorat, Université de haute Alsace, 2010.